

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 01283340
PUBLICATION DATE : 14-11-89
APPLICATION DATE : 25-03-89
APPLICATION NUMBER : 01072291

APPLICANT : DAIDO STEEL CO LTD;

INVENTOR : SHIMURA SHUNJI;

INT.CL. : C22C 33/02 // C22C 38/00

TITLE : MANUFACTURE OF HIGH DENSITY AND HIGH STRENGTH SINTERED BODY

ABSTRACT : PURPOSE: To manufacture the title sintered body by adding specific amounts of C powder or furthermore adding specific amounts of one or more kinds of powder among Mo, W, V and Nb to iron alloy powder for powder metallurgy contg. specific amounts of Cr, Mn and P.

CONSTITUTION: C powder, 0.5-5.0%, by weight, is added to the powder of an Fe alloy contg. 7.0-30.0% Cr, 0.1-1.5% Mn and 0.1-1.0%P or furthermore contg. <0.1% C and 0.1-4.0% Si and they are mixed. Or, total $\leq 10\%$ of one or more kinds of powder among <5.0% Mo, <5.0% W, <3.0% V and <5.0% Nb are added thereto and they are mixed. The mixed powder is pressurized, molded and sintered, e.g., at 1130°C for 30 min in a vacuum, by which the Fe-based sintered body having high density and strength can be manufactured.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-283340

⑮ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)11月14日

C 22 C 33/02
// C 22 C 38/00

3 0 4

B-7619-4K
7047-4K

審査請求 有 発明の数 4 (全7頁)

⑭ 発明の名称 高密度高強度焼結体の製造法

⑰ 特 願 平1-72291

⑱ 出 願 昭57(1982)7月21日

⑲ 特 願 昭57-127351の分割

| | | | |
|---------|------------|-----|---------------------|
| ⑲ 発 明 者 | 富 岡 | 達 也 | 愛知県東海市加木屋町南鹿持18 |
| ⑲ 発 明 者 | 久 田 | 建 男 | 愛知県常滑市唐崎町2-3-4 |
| ⑲ 発 明 者 | 紫 村 | 俊 次 | 愛知県名古屋市港区九番町5-17-2 |
| ⑲ 出 願 人 | 大同特殊鋼株式会社 | | 愛知県名古屋市中区錦1丁目11番18号 |
| ⑲ 代 理 人 | 弁理士 中島 三千雄 | | 外2名 |

明 細 書

1. 発明の名称

高密度高強度焼結体の製造法

2. 特許請求の範囲

- (1) Cr: 7.0~30.0%、Mn: 0.1~1.5%、
P: 0.1~1.0%、残部: Fe及び不可避免の不
純物からなる粉末冶金用合金粉末を用い、これ
に対して0.5~5.0%の割合の炭素粉末を添加、
配合して、焼結せしめることを特徴とする高密
度高強度焼結体の製造法。
- (2) Cr: 7.0~30.0%、Mn: 0.1~1.5%、
P: 0.1~1.0%、C: 0.1%以下、Si:
0.1~4.0%、残部: Fe及び不可避免の不純物
からなる粉末冶金用合金粉末を用い、これに対
して0.5~5.0%の割合の炭素粉末を添加、配
合して、焼結せしめることを特徴とする高密度
高強度焼結体の製造法。
- (3) Cr: 7.0~30.0%と、Mn: 0.1~1.5
%と、P: 0.1~1.0%と、5.0%以下のMo、
5.0%以下のW、3.0%以下のV及び5.0%以

下のNbのうちから選ばれた1種若しくは2種
以上の元素の合計の含有量で10%以下と、残
部: Fe及び不可避免の不純物とからなる粉末冶
金用合金粉末を用い、これに対して0.5~5.0
%の割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結せ
しめることを特徴とする高密度高強度焼結体の
製造法。

- (4) Cr: 7.0~30.0%と、Mn: 0.1~1.5
%と、P: 0.1~1.0%と、C: 0.1%以下と、
Si: 0.1~4.0%と、5.0%以下のMo、
5.0%以下のW、3.0%以下のV及び5.0%以
下のNbのうちから選ばれた1種若しくは2種
以上の元素の合計の含有量で10%以下と、残
部: Fe及び不可避免の不純物とからなる粉末冶
金用合金粉末を用い、これに対して0.5~5.0
%の割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結せ
しめることを特徴とする高密度高強度焼結体の
製造法。

3. 発明の詳細な説明
(技術分野)

本発明は、高密度高強度焼結体の製造法に係り、特に高密度、高強度の焼結体を与え得る粉末冶金用合金粉末を用いて、焼結体を製造する方法に関するものである。

(背景技術)

金属粉末から、粉末冶金手法によって成形し、焼結して得られる焼結部品(焼結体)に関して、近年、その適用分野の拡大には著しいものがあり、とりわけ液相を利用した高密度焼結技術の発展により、高強度部品の分野への進出には目覚ましいものがある。

そして、従来から、かかる高強度部品への進出を目指したCr系ステンレス鋼粉末を用いる粉末冶金では、C及びPの同時添加による共晶(Fe-Fe₃C-Fe₃P)の液相を利用して焼結密度を向上させ、加えてその共晶部分が高硬度であるところから、その耐摩耗性を著しく向上させている。そして、このような手法によって、工業的には密度比で約93%程度のものまでの焼結体の製造が可能となり、比較的高密度な耐摩耗部

品、例えば自動車のエンジン回りの摺動部材、食肉機械部品(カッター)等への適用が図られてきている。

しかしながら、粉末冶金手法によって得られる焼結部品の適用分野の更なる拡大には、より一層の性能向上が必要であり、このため高密度、高強度を具備した焼結部品の開発、更にはかかる焼結部品を製造する手法の開発が望まれているのである。ところで、周知のように、焼結部品の強度は主に(a)基地の強度、(b)密度比の影響を受け、そして基地の強度が高い程、また密度も高い程、得られる焼結体の強度は向上されることとなるのである。

(解決課題)

ここにおいて、本発明は、得られる焼結体の密度の向上、ひいてはその強度の向上が図られ得る製造法を提供することを、その目的とするものであって、このため、かかる焼結体を製造するために用いられる粉末冶金用合金粉末において、従来からのC、Pの添加に加えて、更にMnをも必須

3

元素として添加しようとするものであり、これは、本発明者等が詳細な実験を繰り返した結果、成形圧力や焼結温度等の製造条件が同じである同一工程で製造した場合に、Mnの添加によって得られる焼結体の密度が明らかに向上される知見を得たことに基づくものである。

(解決手段)

すなわち、本発明は、Cr(クロム):7.0~30.0%、Mn(マンガン):0.1~1.5%、P(磷):0.1~1.0%、残部:Fe(鉄)及び不可避免的不純物からなる粉末冶金用合金粉末を用い、これに対して0.5~5.0%の割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結せしめることを、その要旨とするものである。

また、本発明にあっては、Cr:7.0~30.0%、Mn:0.1~1.5%、P:0.1~1.0%、C(炭素):0.1%以下、Si(珪素):0.1~4.0%、残部:Fe及び不可避免的不純物からなる粉末冶金用合金粉末を用い、これに対して0.5~5.0%の割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結

5

4

せしめることをも、その特徴とするものである。

さらに、本発明は、Cr:7.0~30.0%と、Mn:0.1~1.5%と、P:0.1~1.0%と、5.0%以下のMo(モリブデン)、5.0%以下のW(タングステン)、3.0%以下のV(バナジウム)及び5.0%以下のNb(ニオブ)のうちから選ばれた1種若しくは2種以上の元素の合計の含有量で10%以下と、残部:Fe及び不可避免的不純物とからなる粉末冶金用合金粉末を用い、これに対して0.5~5.0%の割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結せしめることを、その特徴とするものである。

更にまた、本発明は、Cr:7.0~30.0%と、Mn:0.1~1.5%と、P:0.1~1.0%と、C:0.1%以下と、Si:0.1~4.0%と、5.0%以下のMo、5.0%以下のW、3.0%以下のV及び5.0%以下のNbのうちから選ばれた1種若しくは2種以上の元素の合計の含有量で10%以下と、残部:Fe及び不可避免的不純物とからなる粉末冶金用合金粉末を用い、これに対して0.5~

6

5.0%の割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結せしめることをも、その特徴とするものである。

(具体的構成)

ところで、かかる本発明において用いられる粉末冶金用合金粉末は、7.0～30.0%のCrと、0.1～1.5%のMnと、0.1～1.0%のPとを主要合金成分として含み、残部がFe及び不可避免の不純物からなるものであるが、ここで含有せしめられるCrは、基地を強化し、炭化物を形成して耐摩耗性を付与し、更に耐酸化性を向上せしめる等、高密度、高強度部品には必須の元素であり、その有効な添加効果を得るには7%が下限である。また、このCrの含有量が30%を越えるようになると、粉末冶金操作における成形操作において圧縮性が著しく低下するようになる。このため、Crの含有量としては7.0～30.0%の範囲が採用されることとなるのである。

また、Mnは、粉末の焼結密度の向上に顕著な効果を示し、また焼結体の焼入れ性にも好影響をもたらす元素であって、このような効果、特に有

効な密度向上効果を発揮させるには、少なくとも0.1%以上のMnの添加が必須であるが、あまりにもMnを過度に添加すると粉末の表面酸化を助長し、更に粉末を球状化させる作用があって、その成形性を低下せしめることとなるため、その上限を1.5%とする必要がある。なお、かかるMnの含有量の好ましい範囲としては、一般に0.2～0.7%である。

さらに、Pは、Cの共存により焼化鉄共晶を生成させるのに必須の成分であって、そのような焼化鉄共晶の液相を利用して焼結密度を向上させる効果を期待するには、少なくとも0.1%含有せしめる必要があるのである。一方、Pの過度の添加は、粉末の圧縮性を低下させ、多量の液相の出現による焼結温度コントロールを困難にするところから、その上限は1.0%である。なお、かかるPの好ましい含有量範囲としては、0.2～0.7%である。

そして、本発明にあつては、かかる合金粉末には、その製造工程中において必然的にCやSiが

7

含有せしめられるようになるのであるが、このCとしては、その含有量があまりにも多くなり過ぎると基地が効果して粉末が硬くなり、その圧縮性を著しく損ね、以て目的とする成形品を得るのが困難となって粉末冶金用としては適さなくなるため、一般に0.1%をその上限とすることが望ましい。また、Siは、粉末製造時の粉末表面酸化を抑制するのに有効であり、このためその含有量が0.1%以上となるようにされるが、その過度の含有は、また粉末の圧縮性を損ねることになるため、その上限は4.0%に止められる。

また、本発明において、かかる合金粉末には、更に5.0%以下のMo(モリブデン)、5.0%以下のW(タングステン)、3.0%以下のV(バナジウム)、及び5.0%以下のNb(ニオブ)のうちの1種若しくは2種以上が含有せしめられている。これらMo、W、V、Nbは、焼結体中における炭化物の形成に有効であり、この目的のために添加されるのであるが、その合計の添加総量が10%を越えるようになると、その添加量に見合

8

った効果が期待され得ず、むしろコスト高を惹起するのみであるところから、その合計量は10%以下とすることが適当である。

その他、本発明に用いられる粉末冶金用合金粉末には、上記合金成分の他、必要に応じて更にSやNi、B、Cu等の公知の添加成分が含有せしめられることとなる。なお、Sの添加は、粉末を微粉化して焼結密度を向上させるのに寄与し、また適量のNi、B等は焼入れ性を向上せしめる利点がある。

また、このような添加されるべき各成分は、前記粉末冶金用合金成分と共に溶融せしめられて、所定の合金溶湯が調製され、次いでこの合金溶湯が公知の水噴霧やガス噴霧による噴霧法等の公知の手法によって所定の粉末とされるのである。なお、この公知の粉末化手法にて形成される本発明に従う粉末冶金用合金粉末は、通常の粉末冶金用金属粉と同様に適宜の大きさの粒子であり、そして適宜の粒度分布を有するものであるが、一般に500μ(JIS32メッシュ)程度以下、好ま

9

10

しくは 150μ 程度以下の粒径の粒子が用いられることとなる。

そして、本発明に従って、かくして得られた粉末冶金用合金粉末を用いて所定の焼結体（焼結部品）を得るには、従来から知られている各種の粉末冶金手法が採用されるものであるが、その際、かかる合金粉末には、 $0.5\sim 5.0\%$ 、好ましくは $1\sim 4\%$ の割合（合金粉末重量に対するもの）の炭素粉末が添加、配合せしめられる。この添加配合される黒鉛粉末、カーボンブラック等の炭素粉末は、焼結時において炭化鉄共晶を生成せしめ、得られる焼結体の密度を向上させるのに必須の成分であって、また焼結体中に炭化物を生成せしめることによってその耐摩耗性を著しく向上せしめる効果を奏する。なお、合金粉末に対する炭素粉末の配合量が 0.5% 未満では、目的とする共晶の生成量が少なく、従って所望の性能が得られず、また 5% を越える炭素粉末の添加は、共晶の粗大化を招き、このため衝撃値を低下せしめる問題を生じる。それ故、本発明に従う合金成分に対する

炭素粉末の添加量としては $0.5\sim 5\%$ の範囲の値が採用されるのである。

そして、かかる合金粉末と炭素粉末との混合物は、常法に従って所望の形状に成形、特に加圧成形（圧縮成形）せしめられて所望の成形品（圧粉体）が形成され、次いでこれが高温に加熱されることによって焼結せしめられ、目的とする高密度、高強度の焼結体（焼結部品）が得られるのである。

（発明の効果）

このように、本発明に従えば、Fe-Cr系合金粉末に更に少なくともMn及びPの所定量を含有せしめた粉末冶金用合金粉末を用い、これに所定割合の炭素粉末を添加、配合して、焼結せしめることによって、最終製品たる焼結体の密度並びに強度を著しく向上せしめ得るのであり、これによって焼結部品の適用分野の更なる拡大が図り得ることとなったのである。

（実施例）

以下、本発明を更に具体的に明らかにするため

1 1

に、本発明に従う幾つかの実施例について説明するが、本発明が、かかる実施例の記載によって何等の制約をも受けるものでないことは言うまでもないところである。なお、先に説明した各合金成分の百分率並びに以下の実施例における百分率は、何れも特に断わりのない限り、重量基準で示されるものである。

実施例 1

各種の化学組成を有する合金溶湯から、公知の水噴霧による粉末化手法によって、第1表に示される如き種々なる合金粉末を製造し、次いでこれを篩分けして -100 メッシュの分級物を取り出した後、その分級物重量に対して 3% の割合の黒鉛粉末を添加せしめ、均一に配合せしめた。次いで、その配合物を 5 ton/cm^2 の圧力で加圧成形せしめ、 $5 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ の寸法の成形品（圧粉体）を得て、これを $1130^\circ\text{C} \times 30$ 分の真空焼結を施すことによって、焼結ステンレス鋼の各種の試験片を製造した。

かくして得られた各種の試験片について、それ

1 3

1 2

ぞれの焼結密度を水浸法（JIS-Z-2505）で測定した後、支点間距離 20 mm の3点曲げ試験を実施し、それらの結果をまとめて第1表に示した。

かかる第1表の結果から明らかなように、供試材No.1のものでは、粉末中のMn含有量が少ないうえに、得られた焼結体の焼結密度が低く、抗折力が低い。また、Mnを多量に含有せしめた供試材No.5のものでは、粉末の成形時にクラックが発生してしまったために、最後まで試験を繰ることが出来なかった。

更に、供試材No.6のものでは、Pの含有量が少ないうえに焼結密度が低く、抗折力も著しく低い値となっており、一方Pを過剰に添加したNo.9では共晶組織が粗大化したために、密度が上昇しているにも拘わらず、逆に抗折力が低下しているのが認められた。

これに対して、本発明に従って得られる供試材No.2～4及び7、8のものにあっては、焼結密度が高く、また抗折力も著しく優れているのである。

1 4

なお、供試材№ 7 及び 9 の焼結体のミクロ組織を明らかにするために、それぞれの顕微鏡写真(400倍)をそれぞれ第1図及び第2図に示すが、それら写真の比較からも明らかなように、本発明により得られる№ 7 の供試材は、№ 9 のものよりも遥かに組織が細かく、それ故密度と共に、抗折力も向上されていることが理解されるのである。

第 1 表

| 供試材 № | 化学組成 (%) | | | | | | | 結 焼 密 度 g/cm ³ | 抗折力 kgf/mm ² |
|-------|----------|------|------|------|-------|------|-------|---------------------------------------|----------------------------|
| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Fe | |
| 比較例 1 | 0.020 | 0.89 | 0.03 | 0.51 | 0.009 | 0.11 | 17.13 | 残部 | 126.2 |
| 2 | 0.019 | 0.84 | 0.21 | 0.50 | 0.010 | 0.11 | 17.37 | " | 167.1 |
| 3 | 0.018 | 0.88 | 0.83 | 0.51 | 0.010 | 0.09 | 17.47 | " | 172.3 |
| 4 | 0.022 | 0.88 | 1.39 | 0.52 | 0.009 | 0.06 | 17.58 | " | 171.4 |
| 5 | 0.019 | 0.90 | 1.63 | 0.51 | 0.008 | 0.08 | 17.36 | " | 成形時発生 |
| 6 | 0.015 | 1.17 | 0.31 | 0.08 | 0.009 | 0.06 | 17.47 | " | 67.2 87.1 |
| 7 | 0.014 | 1.17 | 0.33 | 0.22 | 0.008 | 0.08 | 17.41 | " | 165.2 |
| 8 | 0.015 | 1.15 | 0.30 | 0.89 | 0.008 | 0.07 | 17.43 | " | 178.0 |
| 9 | 0.017 | 1.18 | 0.30 | 1.32 | 0.010 | 0.08 | 17.40 | " | 110.2 |

15

実施例 2

C の含有量が 0.05% 以下に調製された種々なる化学組成を有する各種の合金溶湯から、実施例 1 と同様にして水噴霧による粉末化手法にて各種の合金粉末を製造した。各粉末の化学組成は略第 2 表に示される通りである(但し、C を除く)。

そして、その得られた粉末のそれぞれを篩分けして-100メッシュのものを集めた。次いで、この-100メッシュの分級物に対して、第 2 表に示される如き各種の C 値を与える割合で炭素粉末をそれぞれ添加せしめ、均一に混合せしめた後、実施例 1 と同様にして成形、焼結して各種の試験片を製造した。焼結後の各供試材の化学組成を第 2 表に示す。

得られた各試験片の評価結果を、下記第 2 表に示すが、合金粉末に対する C の添加量の少ない供試材№ 10 では、焼結密度が上がらず、抗折力が低い。一方、C を多量に添加した供試材№ 14 では、共晶組織が粗大化しているために、密度が向上されているにも拘わらず、抗折力は低下してい

17

るのである。

これに対して、本発明にて得られる供試材№ 11~13 のものは、何れも焼結密度、抗折力とも著しく改善されているのが理解される。

16

18

第 2 表

| 供試材 No. | 化学組成 (%) | | | | | | | 焼 結 密 度 g/cm ³ | 抗折力 kgf/mm ² |
|------------|----------|------|------|------|-------|------|-------|---------------------------------------|----------------------------|
| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | | |
| 比較例 10 | 0.39 | 3.01 | 0.47 | 0.71 | 0.010 | 0.06 | 23.46 | 5.40 | 70.9 |
| 比較例 11 | 0.62 | 2.95 | 0.48 | 0.76 | 0.005 | 0.06 | 23.46 | 7.50 | 159.6 |
| 本発明 12 | 1.83 | 2.92 | 0.47 | 0.79 | 0.009 | 0.06 | 23.45 | 7.52 | 176.5 |
| 比較例 13 | 4.22 | 3.04 | 0.48 | 0.75 | 0.005 | 0.07 | 22.81 | 7.54 | 174.0 |
| 比較例 14 | 5.61 | 3.03 | 0.48 | 0.75 | 0.010 | 0.07 | 22.92 | 7.63 | 107.6 |

1 9

第 3 表

| 供試材 No. | 化学組成 (%) | | | | | | | | | | | Fe |
|------------|----------|------|------|------|-------|------|-------|------|------|------|------|-------|
| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | W | V | Nb | |
| 比較例 15 | 0.020 | 0.69 | 0.80 | 0.06 | 0.007 | 0.03 | 11.43 | 2.18 | — | — | — | 残部 |
| 比較例 16 | 0.023 | 0.66 | 0.81 | 0.30 | 0.004 | 0.07 | 11.53 | 1.98 | — | — | — | — |
| 比較例 17 | 0.021 | 0.68 | 0.81 | 0.39 | 0.005 | 0.08 | 11.60 | 1.73 | 1.50 | 0.73 | — | — |
| 比較例 18 | 0.020 | 0.69 | 0.82 | 0.30 | 0.006 | 0.07 | 11.48 | — | — | 0.22 | 4.36 | 0.011 |
| 比較例 19 | 0.021 | 0.60 | 0.81 | 0.39 | 0.004 | 0.07 | 11.58 | — | — | — | — | — |
| 比較例 20 | 0.022 | 0.60 | 0.85 | 0.30 | 0.200 | 0.06 | 11.77 | — | — | — | — | — |
| 比較例 21 | 0.022 | 0.68 | 0.87 | 0.30 | 0.005 | 0.40 | 11.54 | — | — | — | — | — |
| 比較例 22 | 0.020 | 0.68 | 0.89 | 0.35 | 0.006 | 0.08 | 11.82 | — | — | 6.52 | — | — |
| 比較例 23 | 0.021 | 0.61 | 0.84 | 0.32 | 0.007 | 0.10 | 11.72 | 3.82 | 2.98 | 2.06 | 3.10 | — |

2 1

実施例 3

下記第 3 表に示される化学組成を有する合金溶湯を用いて、公知の水噴霧による粉末化手法によって、種々なる合金粉末を製造した後、実施例 1 と同様にして分級し、更にその分級物に対して炭素粉末を 2% 添加して均一にブレンドせしめ、更にその後実施例 1 と同様にして試験片を製造し、特性を調査した。

その結果を第 4 表に示すが、かかる第 4 表から明らかなように、本発明に従って得られる焼結体 No. 16 ~ 21 は、その焼結密度が著しく向上せしめられており、またその抗折力も著しく向上されている。一方、Mo, W, V, Nb を過剰に添加した No. 22, 23 のものでは成形が不可能であった。

なお、かかる効果は、水噴霧による粉末化手法に代えて、他の手法であるガス噴霧による粉末化手法によって得られた合金粉末であっても同様に達成されることが確認された。

2 0

第 4 表

| | 供試材 No. | 焼結密度 g/cm ³ | 抗折力 kgf/cm ² |
|-----|------------|---------------------------|----------------------------|
| 比較例 | 15 | 6.80 | 88.2 |
| 本発明 | 16 | 7.51 | 160.2 |
| | 17 | 7.48 | 153.7 |
| | 18 | 7.42 | 150.1 |
| | 19 | 7.58 | 178.4 |
| | 20 | 7.63 | 192.2 |
| | 21 | 7.53 | 167.8 |
| 比較例 | 22 | 成形時クラック発生 | |
| | 23 | 成形時クラック発生 | |

4. 図面の簡単な説明

第 1 図及び第 2 図は、それぞれ実施例 1 において本発明に従って得られた焼結体と比較例の焼結体の金属組織を示す顕微鏡写真である。

出願人 大同特殊鋼株式会社

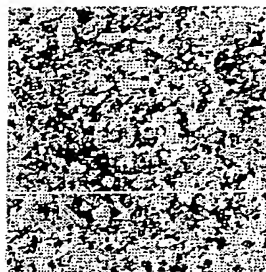
代理人 弁理士 中島 三千雄

(ほか 2 名)



2 2

第 1 図



第 2 図

